

JP5070679 Biblio**FLAME RETARDANT POLYOLEFIN RESIN MOLDED BODY**

Patent Number: JP5070679
Publication date: 1993-03-23
Inventor(s): AKIYAMA YOSHIKUNI; others: 01
Applicant(s): ASAHI CHEM IND CO LTD
Requested Patent: ☐ JP5070679
Application Number: JP19910230460 19910910
Priority Number(s):
IPC Classification: C08L71/12; C08K5/03; C08K5/521; C08L23/00; C08L53/02; C08L71/12
EC Classification:
Equivalents: JP3083883B2

Abstract

PURPOSE: To obtain a polyolefin resin molded body excellent in flame retardancy, impact and heat resistance.
CONSTITUTION: A flame retardant polyolefin resin molded body comprising a continuous phase composed of a polyolefin and a disperse phase composed of at least one copolymer selected from among polyphenylene ethers, vinyl aromatic compound-conjugated diene compound copolymers and hydrogenated vinyl aromatic compound-conjugated diene compound copolymers, an aromatic halogen-based flame retardant, a flame retardant and an aromatic phosphoric acid ester. The above-mentioned aromatic halogen-based flame retardant having $\leq 1\mu\text{m}$ minor axis diameter is dispersed in the disperse phase.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

(19)日本国特許庁(JP)

(12)公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-70679

(43)公開日 平成5年(1993)3月23日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	FI	技術表示箇所
C 0 8 L 71/12	L Q M	9167-4 J		
C 0 8 K 5/03	K E J	7167-4 J		
5/521	K F M	7167-4 J		
C 0 8 L 23/00	L C U	7107-4 J		
53/02	L L Y	7142-4 J		

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全 8 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願平3-230460

(22)出願日 平成3年(1991)9月10日

(71)出願人 000000033

旭化成工業株式会社

大阪府大阪市北区堂島浜1丁目2番6号

(72)発明者 秋山 義邦

岡山県倉敷市潮通3丁目13番1 旭化成工業株式会社内

(72)発明者 水城 堅

岡山県倉敷市潮通3丁目13番1 旭化成工業株式会社内

(54)【発明の名称】 難燃性ポリオレフィン樹脂成形体

(57)【要約】

【目的】 難燃性、耐衝撃性、耐熱性に優れたポリオレフィン樹脂成形体

【構成】 連続相がポリオレフィン、分散相がポリフェニレンエーテル、ビニル芳香族化合物-共役ジエン化合物共重合体およびビニル芳香族化合物-共役ジエン化合物共重合体の水素添加物から選ばれる少なくとも1種の共重合体、芳香族ハロゲン系難燃剤、難燃剤および芳香族系リン酸エステルからなり、該芳香族ハロゲン系難燃剤が短軸径1μm以下で分散している難燃性ポリオレフィン樹脂成形体。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 難燃性ポリオレフィン樹脂成形体が、

(a) 連続相：ポリオレフィン、

(b) 分散相：ポリフェニレンエーテル、ビニル芳香族化合物-共役ジエン化合物共重合体およびビニル芳香族化合物-共役ジエン化合物共重合体の水素添加物から選ばれる少なくとも1種の共重合体、芳香族ハロゲン系難燃剤、難燃助剤および芳香族系リン酸エステル、からなり、

該芳香族ハロゲン系難燃剤が短軸径1 μ m以下で分散していることを特徴とする難燃性ポリオレフィン樹脂成形体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は耐油性、耐薬品性、耐熱性、耐衝撃性に優れ、電気・電子分野、自動車分野、その他の各種工業材料分野で利用できる難燃性ポリオレフィン樹脂成形体に関するものである。

【0002】

【従来の技術】ポリオレフィン加工性、耐薬品性、耐熱性、電気的特性などに優れているため、家庭用電気製品をはじめ各種の分野に利用されている。しかしながら、火炎に接すると着火し易い、難燃し易いといった欠点を有している。このため、ポリオレフィンの難燃化については従来より数々の提案がなされている。この難燃化の一般的な方法として例えば、特公昭51-25061号公報、特開昭57-73032号公報には有機ハロゲン系難燃剤とある種の金属酸化物との併用系が、また特開昭59-74141号公報、特開昭59-74152号公報には低分子量の有機ハロゲン化合物と三酸化アンチモンとを配合することが提案され、さらに特開昭54-52152号公報、特開昭54-83952号公報にはプロピレン系重合体に水酸化マグネシウム、水酸化カルシウム、水酸化アルミニウム等の無機水和物及び／またはリン化合物を配合することが提案されている。また、特公昭47-32288号公報、特公昭47-6105号公報、特開昭49-345号公報、特開昭55-30739号公報には、ポリオレフィンの燃焼時の熔融滴下を防止する方法が提案されている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】このような従来技術のうち、一般に有機ハロゲン系難燃剤はポリオレフィン樹脂に対して自己消火性を賦与するものの、燃焼時に着火燃焼片の落下、または熱分解液化による着火液滴、無着火液滴などのいわゆるドリップが生じるという欠点を有しており、このドリップの有無は難燃性の評価の重要なファクターの1つであり、ドリップがあると、たとえポリオレフィン樹脂の自己消火性が優れていてもその難燃性は低くランクされているのが現状であり、このためドリップ性の改善はポリオレフィン樹脂の難燃化技術の大

きな課題のひとつである。また、このドリップ性と同様に、フレイミング後のグローイング時間も難燃性評価の重要なファクターのひとつであり、グローイング時間の短縮もポリオレフィン樹脂の難燃化技術の大きな課題のひとつである。

【0004】そして、先行技術の無機系難燃剤、例えば水酸化マグネシウムはドリップも生じず自己消火性もあるが、ポリオレフィン樹脂の高度の難燃効果を賦与させるためには、多量の水酸化マグネシウムの添加が必要となり、ここで得られるポリオレフィン樹脂組成物は流動性が悪化し、成形品の機械的強度が著しく悪化するという欠点をもたらす。このため該無機系難燃剤を含んだポリオレフィン樹脂は、より望ましい物性を保持させるため、かかる無機系難燃剤の添加範囲は限定され、上記したドリップ性、グローイング時間も含めた高度の難燃化を達成することは現実的に困難であるのが現状である。

【0005】本発明の目的は、上記した先行技術では達成できなかったポリオレフィンを含んだ樹脂成形体の難燃性を改良し、難燃性、耐油性、耐衝撃性さらには耐熱性に優れた難燃性ポリオレフィン樹脂成形体を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、ポリオレフィン樹脂成形体に高いレベルの難燃性を付与させるため、ポリオレフィン、ポリフェニレンエーテル、混和剤および芳香族ハロゲン系難燃剤からなるマトリックスがポリオレフィンであるポリオレフィン樹脂成形体に関して検討を重ねた結果、ポリフェニレンエーテルを含むことによりUL燃焼試験における熔融滴下を防止し、かつ、芳香族ハロゲン系難燃剤を特定の微分散状態に制御することにより、UL燃焼試験におけるグローイング時間を30秒以下に改良し、さらには耐衝撃性、耐熱性に優れた難燃性ポリオレフィン樹脂成形体をもたらすことを見だし本発明に到達した。

【0007】すなわち、本発明の特徴は、難燃性ポリオレフィン樹脂成形体が、(a)連続相：ポリオレフィン、(b)分散相：ポリフェニレンエーテル、ビニル芳香族化合物-共役ジエン化合物共重合体およびビニル芳香族化合物-共役ジエン化合物共重合体の水素添加物から選ばれる少なくとも1種の共重合体、芳香族ハロゲン系難燃剤、難燃助剤および芳香族系リン酸エステルからなり、該芳香族ハロゲン系難燃剤が短軸径1 μ m以下で分散していることにある。

【0008】本発明の難燃性ポリオレフィン樹脂成形体の連続相を形成するポリオレフィンとしては、ポリエチレン、ポリプロピレンなど通常の成形材料として用いられる数平均分子量が30000以上のポリオレフィンが用いられ、例えば、アイソタクチックポリプロピレン、超高分子量アイソタクチックポリプロピレン、ポリ(4

3

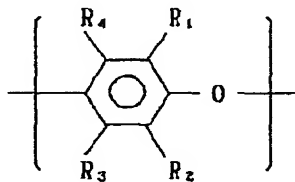
ーメチルー1ーペンテン)、ポリブテンー1、高密度ポリエチレン、超高分子量高密度ポリエチレン、低密度ポリエチレン、線状低密度ポリエチレン、密度0.90未満の超低密度ポリエチレンや、エチレン、プロピレン、他の α -オレフィン、不飽和カルボン酸またはその誘導体の中から選ばれる2種以上の化合物の共重合体、例えばエチレン/ブテンー1共重合体、エチレンー(メタ)アクリル酸共重合体、エチレンー(メタ)アクリル酸エステル共重合体、プロピレン/エチレン(ランダム、ブロック)共重合体、プロピレン/1ーヘキセン共重合体、プロピレン/4ーメチルー1ーペンテン共重合体等を挙げることができる。これらのポリオレフィンは1種のみならず2種以上を併用することができる。これらポリオレフィンのうち、アイソタクチックポリプロピレン、プロピレン/エチレンブロック共重合体が好ましい。

【0009】また、本発明で用いるポリオレフィンは、上記したポリオレフィンのほかに、該ポリオレフィンと α 、 β -不飽和カルボン酸またはその誘導体とラジカル発生剤の存在下、非存在下で熔融状態、溶液状態で30~350℃の温度下で反応させることによって得られる公知の変性(該 α 、 β -不飽和カルボン酸またはその誘導体が0.01~10重量%グラフトまたは付加)ポリオレフィンであってもよく、さらに上記したポリオレフィンと該変性ポリオレフィンの任意の割合の混合物であってもかまわない。

【0010】つぎに本発明の難燃性ポリオレフィン樹脂成形体の分散相を形成するポリフェニレンエーテル(以下、単にPPEと略記)は、本発明の難燃性ポリオレフィン樹脂成形体の難燃時のドリップを防止する上で必須な成分であり、該PPEは、結合単位：

【0011】

【化1】



【0012】(ここで、 R_1 、 R_2 、 R_3 、および R_4 はそれぞれ、水素、ハロゲン、炭素数1~7までの第一級または第二級低級アルキル基、フェニル基、ハロアルキル基、アミノアルキル基、炭化水素オキシ基または少なくとも2個の炭素原子がハロゲン原子と酸素原子とを隔てているハロ炭化水素オキシ基からなる群から選択されるものであり、互いに同一でも異なってもよい)からなり、還元粘度(0.5g/dl、クロロホルム溶液、30℃測定)が、0.15~0.70の範囲、より好ましくは0.20~0.60の範囲にあるホモ重合体および/または共重合体である。

【0013】このPPEの具体的な例としては、例えば

4

ポリ(2,6-ジメチルー1,4-フェニレンエーテル)、ポリ(2-メチルー6-エチルー1,4-フェニレンエーテル)、ポリ(2-メチルー6-フェニルー1,4-フェニレンエーテル)、ポリ(2,6-ジクロロー1,4-フェニレンエーテル)等が挙げられ、さらに2,6-ジメチルフェノールと他のフェノール類(例えば、2,3,6-トリメチルフェノールや2-メチルー6-ブチルフェノール)との共重合体のごときポリフェニレンエーテル共重合体も挙げられる。中でもポリ(2,6-ジメチルー1,4-フェニレンエーテル)、2,6-ジメチルフェノールと2,3,6-トリメチルフェノールとの共重合体が好ましく、さらにポリ(2,6-ジメチルー1,4-フェニレンエーテル)が好ましい。

【0014】かかるPPEの製造方法は公知の方法で得られるものであれば特に限定されるものではなく、例えば、米国特許第3306874号明細書記載のHayによる第一銅塩とアミンのコンプレックスを触媒として用い、例えば2,6-キシレノールを酸化重合することにより容易に製造でき、そのほかにも米国特許第3306875号、同第3257357号および同第3257358号各明細書、特公昭52-17880号、特開昭50-51197号および同63-152628号各公報等に記載された方法で容易に製造できる。

【0015】また、本発明で用いるPPEは、上記したPPEのほかに、該PPEと α 、 β -不飽和カルボン酸またはその誘導体とをラジカル発生剤の存在下、非存在下で熔融状態、溶液状態、スラリー状態で80~350℃の温度下で反応させることによって得られる公知の変性(該 α 、 β -不飽和カルボン酸またはその誘導体が0.01~10重量%グラフトまたは付加)PPEであってもよく、さらに上記したPPEと該変性PPEの任意の割合の混合物であってもかまわない。

【0016】そしてさらに、9,10-ジヒドロ-9-オキサ-10-フォスファフェナントレンをPPE100重量部に対し0.2~5重量部添加し熔融混練したリン化合物処理PPEも色調および流動性に優れたPPEとして供することができる。また、本発明で供するPPEは上記したPPEのほかに、これらPPEにポリスチレンを50重量%を超えない範囲で加えたものも好適に用いることができる。

【0017】つぎに本発明の難燃性ポリオレフィン樹脂成形体の分散相を形成するビニル芳香族化合物ー共役ジエン化合物共重合体、ビニル芳香族化合物ー共役ジエン化合物共重合体の水素添加物は、上記のポリオレフィンとポリフェニレンエーテルの混和剤(以下、コンパティバイザーと略記)として作用し、これらの共重合体はビニル芳香族化合物と共役ジエン化合物を共重合して得られる共重合体、ビニル芳香族化合物と共役ジエン化合物を共重合して得られる共重合体の水素添加物(共重合

した共役ジエン化合物に基づくオレフィン性二重結合の少なくとも50%以上、好ましくは80%以上が水素添加されている)であり、これらの少なくとも1種が用いられる。

【0018】このコンパティビライザーの共重合形態として、ランダム共重合体、ブロック共重合体、グラフト共重合体およびこれらの組み合わせが挙げられ、中でもブロック共重合体が好ましい。このコンパティビライザーを構成するビニル芳香族化合物としては、例えば、スチレン、 α -メチルスチレン、ビニルトルエン、 p -第3ブチルスチレン、ジフェニルエチレン等のうちから1種または2種以上が選択でき、中でもスチレンが好ましい。また共役ジエン化合物としては、例えば、ブタジエン、イソプレン、1,3-ペンタジエン、2,3-ジメチル-1,3-ブタジエン等のうちから1種または2種以上が選ばれ、中でもブタジエン、イソプレンおよびこれらの組み合わせが好ましい。

【0019】このようなコンパティビライザーの一例としては、アニオン重合して得られるスチレン-ブタジエン共重合体、さらにこのスチレン-ブタジエン共重合体の水素添加物が挙げられ、これらは、例えば、英国特許第1130770号、米国特許第3281383号および同第3639517号各明細書に記載された方法や、英国特許第1020720号、米国特許第3333024号および同第4501857号各明細書に記載された方法で容易に製造できる。

【0020】これらのコンパティビライザーは、通常15~95%の上記したビニル芳香族化合物を共重合した共重合体である。この共重合体のビニル芳香族化合物の量は、ポリオレフィンとポリフェニレンエーテルとの混和性を考慮して、1種以上であってもよい。このコンパティビライザーとしては例えば、旭化成工業(株)より「タフブレン」、「ソルブレン」、「タフデン」、「アサブレン」、「タフテック」という商品名で市販されているものを用いることができる。

【0021】つぎに本発明の難燃性ポリオレフィン樹脂成形体の分散相を形成する芳香族ハロゲン系難燃剤はハロゲン含有率が50重量%以上の芳香族系難燃剤であり、なかでも芳香族臭素化合物が好ましく、例えばヘキサブromベンゼン、ペンタブromベンゼン等の臭素化ベンゼン、ペンタブromトルエン、テトラブromトルエン等の臭素化トルエン、テトラブromキシレン、トリブromキシレン等の臭素化キシレン、ペンタブromフェノール、テトラブromレゾルシン、トリブromピロガロール、ナトリウムペンタブromフェノレート等の臭素化フェノールおよびその金属塩、ペンタブromアニリン、テトラブromアニリン等の臭素化アニリン、ペンタブrom安息香酸、テトラブrom安息香酸およびその誘導体、テトラブromサリチル酸、テトラブromトルイル酸、テトラブromクレゾール等の臭素化ベンゼン異種置換体、臭

素化ビフェニル、臭素化ジフェニルエーテル、臭素化ジフェニルチオエーテル等の臭素化ジフェニル誘導体、トリブromポリスチレン、臭素化ポリカーボネート、臭素化エポキシ樹脂等の臭素化芳香族重合体等が挙げられる。中でも、耐ブリードアウト性の観点で臭素含有量が60重量%以上で、かつ分子量が5000以上の臭素化ポリスチレンが好ましい。

【0022】かかる臭素化ポリスチレンは、例えば、米国FERRO社よりPYRO-CHEKという商品名で市販されている「PYRO-CHEK 68PB」等が利用できる。つぎに本発明の難燃性ポリオレフィン樹脂成形体の分散相を形成する難燃助剤は三酸化アンチモンなどのアンチモン化合物、ホウ酸亜鉛、ホウ砂などのホウ素化合物等が挙げられ、なかでも三酸化アンチモンが好ましい。

【0023】そして本発明の難燃性ポリオレフィン樹脂成形体の分散相を形成する芳香族系リン酸エステルは、上記した芳香族ハロゲン系難燃剤をポリオレフィンマトリックス中に微分散させ、本発明の難燃性ポリオレフィン樹脂成形体の燃焼試験時のグローイング時間を短縮させる効果の他に、かかる難燃剤を微分散させるため、成形体の機械的強度、特に衝撃強度の低下を防止する効果を発揮する。これら芳香族系リン酸エステルとしては、例えばトリフェニルホスフェート、オクチルジフェニルホスフェート、トリクレジルホスフェート、トリキシレニルホスフェート、クレジルジフェニルホスフェート、キシレニルジフェニルホスフェートや芳香族縮合リン酸エステル等が挙げられ、なかでもトリフェニルホスフェートや芳香族縮合リン酸エステルが好ましい。

【0024】本発明は上記した各成分からなる難燃性ポリオレフィン樹脂成形体であり、連続相に上記の芳香族ハロゲン系難燃剤が短軸径1 μ m以下で分散していることを特徴とする。このような特殊なモルフォロジーを有することにより、この成形体は前述の如くUL燃焼試験における溶融滴下が無く、グローイング時間が30秒以下の難燃性ポリオレフィン樹脂成形体となり得る。

【0025】かかる成形体の各成分の量比は、得られる成形体の難燃性、耐熱性および耐衝撃性等のバランスを考慮して決定づけられる。すなわち、連続相を形成するポリオレフィン通常20~60重量%、好ましくは20~40重量%である。また、分散相を形成するポリフェニレンエーテルは通常、30~60重量%、好ましくは40~60重量%であり、ビニル芳香族化合物-共役ジエン化合物共重合体およびビニル芳香族化合物-共役ジエン化合物共重合体の水素添加物から選ばれる少なくとも1種の共重合体は5~35重量%、好ましくは10~30重量%である。これら合計樹脂成分100重量部に対して、芳香族ハロゲン系難燃剤は通常5~30部、好ましくは10~25部であり、難燃助剤は通常1~20部、好ましくは2~10部であり、そして芳香族系リ

ン酸エステルは通常5~20重量部、好ましくは5~10重量部である。

【0026】中でも、ポリオレフィンを20~30重量%、ポリフェニレンエーテルを40~60重量%、ビニル芳香族化合物-共役ジエン化合物共重合体およびビニル芳香族化合物-共役ジエン化合物共重合体の水素添加物から選ばれる少なくとも1種の共重合体を10~30重量%からなる全樹脂成分に対し、上記した芳香族ハロゲン系難燃剤、難燃助剤、芳香族系リン酸エステルを含んだ樹脂成形体は、UL難燃試験によるランク付けがV-0相当になる。

【0027】これら各成分で構成される本発明の成形体は、芳香族ハロゲン系難燃剤が短軸径1μm以下でポリオレフィン中に分散することを特徴とし、この特徴により成形体の耐衝撃性の低下防止に多大な良い結果をもたらす、さらにはUL燃焼試験におけるグローイング時間を30秒以内に短縮でき難燃性ランクに多大な良い結果をもたらす。

【0028】しかしながら、かかる芳香族ハロゲン系難燃剤の分散短縮径が1μmを超える場合は、成形体の耐衝撃性が極度に低下し、かつUL燃焼試験のグローイング時間が30秒を超え難燃性のランクが極度に悪くなる。また本発明の構成成分以外でかかる芳香族ハロゲン系難燃剤を1μm以下に分散した場合は、耐衝撃性の低下は防止できるもののUL燃焼試験のグローイング時間が30秒を超え難燃性のランクが極度に悪くなる。

【0029】なお、ポリオレフィン中に分散する芳香族ハロゲン系難燃剤の分散状態は、通常、電子顕微鏡写真で容易に確認することができ、この分散は(長軸径/短軸径)≥1の分散を示し、具体的には長軸径=短軸径の時には円状の分散形態、そのほかに、(長軸径/短軸径)>1の時にフィブリル構造の分散形態をとる。以下、本発明の難燃性ポリオレフィン樹脂成形体の製造方法について説明する。この本発明の成形体となり得るためには、当然ながら、供するポリオレフィン、ポリフェニレンエーテル、ビニル芳香族化合物-共役ジエン化合物共重合体およびビニル芳香族化合物-共役ジエン化合物共重合体の水素添加物から選ばれる少なくとも1種の共重合体、芳香族ハロゲン系難燃剤、難燃助剤および芳香族系リン酸エステルの選択、供する各成分の量比関係の選択および熔融混合条件などの選択が重要となるが、得られる樹脂成形体の難燃性、耐衝撃性を格段に改良するには、かかる芳香族ハロゲン系難燃剤が上記した特定の微分散構造をもたなければならない。かかる本発明の樹脂成形体の分散状態を得る方法は、

①芳香族ハロゲン系難燃剤の熱分解温度以下で該難燃剤を溶解する芳香族系リン酸エステルを用いる必要があり、そしてさらに、

②ニーディングブロックをスクリュウの任意の位置に組み込むことが可能な二軸以上の多軸押出機を用い、スク

リュウの全ニーディングブロック部分を(L/D)≥1.5、さらに好ましくは(L/D≥5)〔ここでLは、ニーディングブロックの長さ、Dはニーディングブロックの最大外径をあらわす〕に組み込み、かつ、(π・d・N・h)≥50〔ここで、π;3.14、d;メタリングゾーンに相当するスクリュウ外径、N;スクリュウ回転数(回転/秒)、h;メタリングゾーンの溝深さ〕を満たした条件で熔融混練する必要がある。

【0030】これら2つの必須条件を満たすことにより、樹脂成形体中に含む芳香族ハロゲン系難燃剤をポリオレフィン中に好ましく微分散でき、本発明の難燃性ポリオレフィン樹脂成形体となりえる。このようにして、上記の必須成分を含み、かつ、芳香族ハロゲン系難燃剤が特定の微分散構造をもつ本発明の樹脂成形体は、難燃性ランクが高く、耐衝撃性、耐熱性に優れる。

【0031】本発明では、上記の成分の他に、本発明の特徴および効果を損なわない範囲で必要に応じて他の附加的成分、例えば、酸化防止剤、耐候性改良剤、ポリオレフィン用造核剤、スリッパ剤、無機または有機の充填剤や補強剤(ガラス繊維、カーボン繊維、ウイスキー、マイカ、タルク、炭酸カルシウム、チタン酸カリウム、ワラストナイト等)、各種着色剤、離型剤等を添加してもかまわない。

【0032】本発明の難燃性ポリオレフィン樹脂成形体は、ポリオレフィン中に分散した難燃剤が上記した特定の微分散状態を示すものであれば、いかなる成形方法で得られた樹脂成形体であってもよく、例えば、圧縮成形、射出成形、押出成形、中空成形等により各種部品の樹脂成形体として得ることができる。これら各種部品は、製品安全の社会的ニーズが高まり今後難燃化が重要な自動車分野、電気・電子分野で利用でき、例えば、自動車部品としてバンパー、ドア、ドアパネル、フェンダー、モール、エンブレム、ホイールカバー、エンジンフード、ルーフ、スポイラー等の外装部品、インストゥルメントパネル、コンソールボックス、トリム等の内装部品、また電気部品としてはOA機器、テレビ、ビデオデッキ、ビデオカメラ、テレビゲーム、各種ディスプレイ等の内外部品のキャビネットないしはケース等に適している。

【0033】

【実施例】本発明を実施例によって、さらに詳細に説明するが、これらの実施例により限定されるものではない。

【0034】

【実施例1】アイソタクチックポリプロピレン〔旭ポリプロE1100;旭化成工業(株)製、日本国〕25重量部、還元粘度0.54のポリフェニレンエーテル45重量部、ポリスチレン〔GPPSスタイロン685;旭化成工業(株)製、日本国〕5重量部、スチレン-ブタジエンブロック共重合体の水素添加物(HTR-1;結

合スチレン量65重量%、ポリブタジエン部の水素添加率99.9%)15重量部、スチレン-ブタジエンブロック共重合体の水素添加物(HTR-2;結合スチレン量40重量%、ポリブタジエン部の水素添加率99.9%)10重量部、ブROM化ポリスチレン〔PYRO-CHEK 68PB; FERRO社製、米国〕15部、三酸化アンチモン4部、トリフェニルフォスフェート〔TPP; 大八化学工業所(株)製、日本国〕6部、酸化防止剤〔Irganox 1010; チバガイギー社製、スイス国〕0.5部をヘンシェルミキサーでブレンドし、同方向回転二軸押出機〔ZSK 25; WERNER & PFLEIDERER社製、ドイツ国〕を用い、全ニーディングブロックの $L/D=13.4$ 、 $(\pi \cdot d \cdot N/h)=98.1$ 、設定温度260℃の条件で熔融混練し、押し出したストランドをペレットとして得た。ここで得たペレットを250~280℃に設定したスクリーインライン型射出成形機に供給し、金型温度70℃の条件で各種テストピースを射出成形した。このテストピースを用いてアイゾット衝撃強度(ASTM D-256)および熱変形温度(ASTM D-648)を測定したところ23℃における衝撃強度は48 kg・cm/cmノッチ付きであり、熱変形温度は117℃であった。また燃焼試験(UL規格94; 試験片厚さ1/16インチ)を実施したところ燃焼時の熔融滴下およびグローイングは無く、V-0相当であった。上記の射出成形したテストピースの断面部分の無染色切片を透過型電子顕微鏡で写真撮影したところ、ポリプロピレン中にブROM化ポリスチレンが0.5 μmの短軸径で分散しているのが確認できた。

【0035】

【比較例1】トリフェニルフォスフェートを配合しなかったほかは、実施例1と同じ組成、同じ方法でテストピースを作製し各種のテストを実施した。その結果、23℃の衝撃強度は11 kg・cm/cmノッチ付きであり、熱変形温度は133℃であった。また燃焼試験(UL規格94; 試験片厚さ1/16インチ)を実施したところ燃焼時の熔融滴下は無かったがグローイング時間は98秒でありV-0を満たさなかった。

【0036】上記の射出成形したテストピースの断面部分の無染色切片を透過型電子顕微鏡で写真撮影したところ、ポリプロピレン中にブROM化ポリスチレンが3~8 μmの短軸径で分散しているのが確認できた。

【0037】

【比較例2】実施例1の押出機条件を $L/D=0$ 、 $(\pi \cdot d \cdot N/h)=98.1$ に変えたほかは実施例1と同じ組成、同じ方法でテストピースを作製し各種のテストを実施した。その結果、23℃の衝撃強度は8 kg・cm/cmノッチ付きであり、熱変形温度は128℃であった。また燃焼試験(UL規格94; 試験片厚さ1/16インチ)を実施したところ燃焼時の熔融滴下は無かつ

たがグローイング時間は121秒でありV-0を満たさなかった。

【0038】上記の射出成形したテストピースの断面部分の無染色切片を透過型電子顕微鏡で写真撮影したところ、ポリプロピレン中にブROM化ポリスチレンが3~19 μmの短軸径で分散しているのが確認できた。

【0039】

【実施例2】アイソタクチックポリプロピレン〔旭ポリプロE1100; 旭化成工業(株)製、日本国〕25重量部、還元粘度0.38のポリフェニレンエーテル50重量部、スチレン-ブタジエンブロック共重合体の水素添加物(結合スチレン量65重量%、ポリブタジエン部の水素添加率99.9%)10重量部、スチレン-ブタジエンブロック共重合体の水素添加物(結合スチレン量40重量%、ポリブタジエン部の水素添加率99.9%)5重量部、スチレン-ブタジエンブロック共重合体〔ASAFLEX 805; 旭化成工業(株)製、日本国〕10重量部、ブROM化ポリスチレン〔PYRO-CHEK 68PB; FERRO社製、米国〕15部、三酸化アンチモン4部、トリフェニルフォスフェート〔TPP; 大八化学工業所(株)製、日本国〕8部、酸化防止剤〔Irganox 1010; チバガイギー社製、スイス国〕0.5部をヘンシェルミキサーでブレンドし、同方向回転二軸押出機〔ZSK 25; WERNER & PFLEIDERER社製、ドイツ国〕を用い、全ニーディングブロックの $L/D=26.8$ 、 $(\pi \cdot d \cdot N/h)=98.1$ 、設定温度260℃の条件で熔融混練し、押し出したストランドをペレットとして得た。ここで得たペレットを250~280℃に設定したスクリーインライン型射出成形機に供給し、金型温度70℃の条件で各種テストピースを射出成形した。このテストピースを用いてアイゾット衝撃強度(ASTM D-256)および熱変形温度(ASTM D-648)を測定したところ23℃における衝撃強度は29 kg・cm/cmノッチ付きであり、熱変形温度は115℃であった。また燃焼試験(UL規格94; 試験片厚さ1/16インチ)を実施したところ燃焼時の熔融滴下およびグローイングは無く、V-0相当であった。上記の射出成形したテストピースの断面部分の無染色切片を透過型電子顕微鏡で写真撮影したところ、ポリプロピレン中にブROM化ポリスチレンが0.3 μmの短軸径で分散しているのが確認できた。

【0040】

【実施例3~10】表1に示す各成分を実施例1と同じ同方向回転二軸押出機〔ZSK 25; WERNER & PFLEIDERER社製、ドイツ国〕を用い、全ニーディングブロックの $L/D=26.8$ 、 $(\pi \cdot d \cdot N/h)=98.1$ 、設定温度260℃の条件で熔融混練し、押し出したストランドをペレットとして得た。ここで得たペレットを250~280℃に設定したスクリー

ーインライン型射出成形機に供給し、金型温度70℃の条件で各種テストピースを射出成形した。このテストピースを用いてアイゾット衝撃強度 (ASTM D-256) および熱変形温度 (ASTM D-648) を測定し、さらに燃焼試験 (UL規格94:試験片厚さ1/16インチ) を実施した。これらの射出成形したテストビ*

*ースの断面部分の無染色切片を透過型電子顕微鏡で写真撮影し、ポリプロピレン中に分散しているブROM化ポリスチレンの状態を確認した。これらの結果も併せて表1に載せた。

【0041】

【表1】

		実施例 3	実施例 4	実施例 5	実施例 6
組 成 重 量 部	E 1 1 0 0	2 5	3 0	4 4	3 0
	P P E	5 0	4 7	4 4	4 3
	H T R - 1	1 3	1 3	1 2	1 0
	H T R - 2	1 2	1 0	—	7
	G P P S	—	—	—	1 0
	6 8 P B	1 5	1 5	2 0	1 5
	S b ₂ O ₃	5	5	7	5
	T P P	1 0	6	1 0	8
酸化防止剤		0. 5	0. 5	0. 5	0. 5
衝撃強度*		4 1	4 4	1 0	2 7
熱変形温度 °C		1 0 5	1 2 0	1 0 2	1 1 3
熔融滴下の有無		無し	無し	無し	無し
グロージング		無し	無し	3 4 秒	無し
難燃剤分散短軸径		0. 3 μm	0. 5 μm	0. 3 μm	0. 3 μm

(注) 上記各成分は実施例 1 と同じ

* ; 衝撃強度の単位 (k g · c m / c m ノッチ付き)

【0042】

【表2】

		実施例 7	実施例 8	実施例 9	実施例 10
組成部	E 1 1 0 0	2 7	3 0	2 5	2 8
	P P E	3 7	6 0	5 0	5 7
	H T R - 1	1 0	5	1 9	8
	H T R - 2	1 0	5	5	7
	G P P S	1 6	—	—	—
	6 8 P B	1 5	1 5	1 5	1 5
	S b ₂ O ₃	5	5	5	5
	T P P	6	8	8	8
酸化防止剤		0. 5	0. 5	0. 5	0. 5
衝撃強度*		3 2	1 7	1 9	2 4
熱変形温度 °C		1 0 8	1 2 1	1 1 5	1 1 9
溶融滴下の有無		無し	無し	無し	無し
グロージング		無し	無し	無し	無し
難燃剤分散短軸径		0. 6 μm	0. 4 μm	0. 5 μm	0. 7 μm

(注) 上記各成分は実施例 1 と同じ

* ; 衝撃強度の単位 (k g ・ c m / c m ノッチ付き)

【0043】

* 燃剤が短軸径 1 μm 以下に微分散した構造をとるため、

【発明の効果】本発明の難燃性ポリオレフィン樹脂成形体は、ポリオレフィン中に分散する芳香族ハロゲン系難燃剤が短軸径 1 μm 以下に微分散した構造をとるため、耐衝撃性、難燃性が大幅に改良される。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁵
C 0 8 L 71/12

識別記号
L Q P

庁内整理番号
9167-4J

F I

技術表示箇所

